



Attorney Docket No.: 0514-1047-1

PATENT

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: HOLZSCHUH et al.  
Appl. No.: 10/612,972  
Filed: July 7, 2003  
For: PROCESS FOR THE PRODUCTION OF FOODSTUFF  
SMOKE BY PYROLYSIS, USE OF A REACTOR  
PARTICULARLY ADAPTED TO SAID PROCESS,  
SMOKE AND SMOKED FOODSTUFFS THUS  
OBTAINED

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, Virginia 22313-1450

Date: August 20, 2003

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
FRANCE	02 08495	July 5, 2002

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 25-0120 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

By Eric Jensen  
Eric Jensen, #37,855  
745 South 23<sup>rd</sup> Street, Suite 200  
Arlington, Virginia 22202  
(703) 521-2297

EJ/psf

Attachment





# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 09 JUIL. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>5 JUIL 2002</b> LIEU <b>67 INPI STRASBOURG</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0208495</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>05 JUIL. 2002</b> PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE  CABINET NUSS 10 rue Jacques Kablé 67080 STRASBOURG CEDEX	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) B20342 - SZ/AW			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/> N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Procédé de production de fumées alimentaires par pyrolyse, utilisation d'un réacteur particulièrement adapté audit procédé, fumées et denrées alimentaires fumées obtenues.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b> <b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b> <b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> <b>S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suit »</b>	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> <b>S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suit »</b>	
Nom ou dénomination sociale		SOFRAL SOCIETE FRANCAISE D'ALIMENTATION S.A.	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		3 . 0 . 6 . 7 . 9 . 5 . 5 . 8 . 4	
Code APE-NAF		. . .	
Adresse	Rue	30 rue Joseph Marie Jacquard	
	Code postal et ville	67400	ILLKIRCH GRAFFENSTADEN
Pays		FRANCE	
Nationalité		FRANCAISE	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE <b>5 JUIL 2002</b> LIEU <b>67 INPI STRASBOURG</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0208495</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI		DB 540 W / 260899
<b>V s références pour ce dossier :</b> <i>(facultatif)</i>		B20342 - SZ/AW		
<b>6 MANDATAIRE</b>				
Nom				
Prénom				
Cabinet ou Société		CABINET NUSS		
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel				
Adresse	Rue	10 rue Jacques Kablé		
	Code postal et ville	67080	STRASBOURG CEDEX	
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		03 88 15 42 70		
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		03 88 25 50 57		
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		nuss@noos.fr		
<b>7 INVENTEUR (S)</b>				
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée		
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformati n)		
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		
Paiement échelonné de la redevance		<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiqu s</b> <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non		
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		<b>Uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes				
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)  P. NUSS n° 92-1185		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>  		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

## DESCRIPTION

La présente invention concerne le domaine de l'agro-alimentaire et plus précisément celui de la production d'arômes alimentaires par pyrolyse de matières organiques végétales. Elle concerne plus particulièrement la production de fumées, en particulier de fumées liquides, à l'aide d'un procédé employant un réacteur de pyrolyse du type réacteur  
5      élevateur vibré électrique.

La fumaison est, avec la salaison, une des techniques de conservation des aliments les plus anciennes. En effet, elle vit le jour peu après la maîtrise du feu par l'homme. A l'origine, le but recherché était une  
10     augmentation de la durée de conservation du produit traité. Par la suite, c'est principalement la recherche d'une qualité gustative et accessoirement celle d'un mode de présentation du produit, qui ont prévalu.

Des procédés archaïques ont été utilisés jusqu'au siècle dernier mais depuis, les techniques se sont modernisées et diversifiées, les  
15     méthodes de fumaison traditionnelles ne représentant plus qu'un petit volume à l'échelle mondiale.

Ainsi, de nouveaux produits ont, par exemple, vu le jour aux Etats-Unis à partir du XIX<sup>ième</sup> siècle. Ces produits, encore appelés fumées liquides ou compositions de fumées liquides, ont été développés afin de  
20     remplacer le contact direct de l'aliment avec la fumée et sont obtenus en condensant les fumées gazeuses obtenues par pyrolyse d'une matière organique végétale, le plus souvent du bois, sous forme liquide.

Il est en effet connu que la pyrolyse de matières végétales, en particulier la pyrolyse de particules ou de copeaux de bois, induit la  
25     formation de molécules aromatiques lors des processus de décomposition thermique de ladite matière végétale. La nature chimique des arômes obtenus dépend essentiellement des paramètres de traitement, tels que la température de pyrolyse, le temps de séjour ou encore l'atmosphère gazeuse utilisés au cours de la réaction de pyrolyse.

Par ailleurs, la majeure partie des composés chimiques  
30     constituant la fumée obtenue lors de la pyrolyse est liquide à température ambiante. En raison de multiples avantages, ces produits ont tendance à constituer peu à peu les nouveaux standards de production des aliments fumés. Ainsi les fumées liquides sont notamment utilisées de manière

- 2 -

avantageuse lors de la fumaison de jambons, saucisses, poissons, poitrines etc., un goût fumé ainsi qu'une coloration brune typique, similaires à ceux observés lors de fumaisons traditionnelles étant alors obtenus.

5 Les fumées liquides constituent des mélanges complexes pouvant comprendre plus de 1000 composés chimiques différents, dont 400 ont été clairement identifiés. Ces composés appartiennent généralement à des familles chimiques dont les principales sont les acides carboxyliques, les carbonyles, les phénols et les hydrocarbures aromatiques polycycliques.

10 A titre d'exemple d'une composition typique de fumée liquide on peut citer le brevet US 3 106 473.

Schématiquement, on admet que les acides organiques ont une action sur la conservabilité des denrées fumées, que les phénols ont une action sur le goût des denrées fumées et que les composés carbonylés sont à l'origine de la couleur des produits fumés. Toutefois, en raison de l'extrême  
15 complexité chimique des fumées liquides, des synergies entre les différents composés chimiques sont plus que probables.

Un certain nombre de composés indésirables sont également produits lors des procédés de pyrolyse. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont des composés toxiques produits lors de pyrolyses  
20 à haute température de matières organiques. Ces composés doivent être éliminés des fumées liquides ou leur teneur doit, pour le moins, être minimisée. Les normes actuellement en vigueur en Europe imposent un taux maximal de 10 ppb de benzo[a]pyrène et de 20 ppb de benzoanthracène dans les fumées liquides.

25 Le contrôle des taux d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les fumées liquides permet ainsi de minimiser les risques sanitaires par rapport aux méthodes traditionnelles de fumaison.

Pour la production de fumées aromatiques, divers réacteurs de pyrolyse ont été développés au cours de ces dernières décennies.

30 Dans un premier type de réacteur décrit dans le brevet américain US 4 298 435, la pyrolyse peut être effectuée dans un four tournant incliné à un angle de 5°. Un tel four est constitué d'un calcinateur rotatif comprenant un tube d'acier inoxydable que l'on peut porter à la température voulue. Le bois entre dans le tube à une température de 480 °C  
35 de telle façon que le seul apport d'oxygène provient de l'air entraîné par la sciure au moment du chargement.



- 3 -

Dans un second type de réacteur décrit dans le brevet américain US 3 875 314, la pyrolyse est effectuée à l'aide d'un convoyeur qui passe dans une chambre où règne une température comprise entre 600 °C et 750 °C.

5 Dans un troisième type de réacteur décrit dans le brevet américain US 4 994 297, une pyrolyse ultra-rapide dite « flash » (vitesse de montée en température de 1000 °C/s) permet de produire des fumées liquides ayant un rapport carbonyles/phénols supérieur aux fumées  
10 obtenues par des méthodes conventionnelles. La fumée qui est produite par ce type de réacteur a un pouvoir de coloration plus prononcé mais apporte un goût fumé moins intense aux produits alimentaires traités. Le rendement en jus pyroligneux est très intéressant, car bien supérieur à ceux obtenus par des pyrolyses classiques. La sciure de bois ou de cellulose est chauffée entre 450 °C et 650 °C en 1 seconde. Le temps de séjour des gaz émis est de  
15 0,03 secondes à 2 secondes dans le réacteur puis les gaz sont évacués (en moins de 0,6 secondes) afin de les refroidir à 350 °C.

Dans un quatrième type de réacteur décrit dans le brevet américain US 4 883 676, la pyrolyse est produite en assurant un balayage d'air sec à haute température sur une fine couche (2 cm au maximum) de  
20 sciure sèche. Le rendement atteint alors 90 % au lieu de 45-50 % par des méthodes conventionnelles. Le gaz produit est très riche en composés condensables et aucun goudron n'est produit, ledit balayage limitant les réactions secondaires qui sont précisément à l'origine de la formation des goudrons. En opérant en batch, la température de pyrolyse doit être de  
25 600 °C, alors que lorsque l'on travaille en semi-continu, la température optimale de pyrolyse est seulement de 290 °C.

La pyrolyse du bois peut également être effectuée sous vapeur d'eau comme décrit dans le brevet US 4 359 481, la température de pyrolyse étant alors de 400 °C.

30 Or, la plupart de ces installations et des procédés ne permettent pas un contrôle strict de la température de pyrolyse ou des temps de séjour.

Un autre procédé a été décrit par le brevet français FR 2 680 638 B1 concernant la torréfaction de produits uniquement agro-alimentaires (malt, cacao, café, amandes, etc.).

35 La demande de brevet allemand DE 35 04 950 A1 concerne également la torréfaction du café dans un réacteur hélicoïdal vibrant. Toutefois, rien n'indique ou ne suggère dans ces deux dernières

- 4 -

publications que de tels réacteurs seraient adaptés à la production de fumées alimentaires, en particulier la production de fumées liquides, le but de ces procédés étant avant tout de récupérer une denrée alimentaire torréfiée.

La présente invention a pour but de pallier au moins certains  
5 des inconvénients précités.

A cet effet elle a pour objet un procédé qui s'apparente à une distillation destructive ou à une thermo-modification de substances végétales, notamment du bois.

Conformément à la présente invention, le procédé de  
10 production de fumées destinées à une fumaison de denrées agro-alimentaires, lesdites fumées étant obtenues par pyrolyse d'une matière organique, de préférence végétale, est caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement les étapes consistant à :

- introduire ladite matière organique à pyrolyser dans un réacteur de  
15 pyrolyse comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément tubulaire ascendant mis en vibration et recevant ladite matière organique, ladite matière étant introduite au niveau de la partie basse dudit élément tubulaire,
- 20 - chauffer ladite matière organique dans ladite enceinte à une température comprise entre 200 °C et 800 °C, de préférence entre 300 °C et 400 °C, afin d'en provoquer la pyrolyse lors de son déplacement, sous l'effet des vibrations, dans le ou les éléments tubulaires ascendants et,
- 25 - extraire la matière organique consommée et les fumées produites au niveau de la partie haute dudit ou desdits éléments tubulaires.

La présente invention a encore pour objet l'utilisation d'un réacteur élévateur vibré du type comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément  
30 tubulaire ascendant mis en vibration et recevant une matière organique à pyrolyser, pour la production de fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires, pour la production de fumées liquides et pour la production de charbon de bois.

Elle a encore pour objet les fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires obtenues par le procédé selon l'invention, caractérisées  
35 en ce qu'elles présentent une teneur en volume en benzo[a]pyrène de 10 µg/m<sup>3</sup> et de 20 µg/m<sup>3</sup> en volume de benzoanthracène, soit, une fois condensées en fumées liquides, une teneur en volume en benzo[a]pyrène

- 5 -

d'au plus 10 ppb et une teneur en volume en benzoanthracène d'au plus 20 ppb, ainsi que les fumées liquides obtenues par condensation desdites fumées.

Enfin, elle a également pour objet une denrée alimentaire  
5 fumée par la mise en œuvre d'une fumée ou d'une fumée liquide selon l'invention.

L'invention sera mieux comprise, grâce à la description ci-après, qui se rapporte à un mode de réalisation préféré, donné à titre d'exemple non limitatif.

10 Le but du procédé selon la présente invention est de produire des fumées par pyrolyse d'une matière organique, de préférence à partir de la pyrolyse de particules de bois ou de matières végétales. Avantageusement, ces fumées peuvent être condensées sous forme liquide afin de produire des produits encore appelés « fumées liquides ».

15 Conformément à l'invention, le procédé de production de fumées destinées à une fumaison de denrées agro-alimentaires, lesdites fumées étant obtenues par pyrolyse d'une matière organique, de préférence végétale est caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement les étapes consistant à :

- 20 - introduire ladite matière organique à pyrolyser dans un réacteur de pyrolyse comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément tubulaire ascendant mis en vibration et recevant ladite matière organique, ladite matière étant introduite au niveau de la partie basse dudit élément  
25 tubulaire,
- chauffer ladite matière organique dans ladite enceinte à une température comprise entre 200 °C et 800 °C, de préférence entre 300 °C et 400 °C, afin d'en provoquer la pyrolyse lors de son déplacement, sous l'effet des vibrations, dans le ou les éléments tubulaires ascendants et,
- 30 - extraire la matière organique consommée et les fumées produites au niveau de la partie haute dudit ou desdits éléments tubulaires.

De manière avantageuse, le ou les éléments tubulaires sont animés d'un mouvement vibratoire ayant une composante horizontale et/ou verticale.

35 Dans une variante particulièrement utile, le procédé selon la présente invention est, caractérisé en ce que la matière organique est séchée par préchauffage avant d'être pyrolysée, de préférence dans au moins une

- 6 -

zone de préchauffage spécifique prévue dans le ou les éléments tubulaires et plus préférentiellement par chauffage électrique de ladite ou desdites zones par effet Joule.

5 Ainsi, il devient possible de traiter tous types de matières organiques dans le même dispositif. La température et le temps de préchauffe et le taux d'humidité résiduelle peuvent être déterminés par l'homme du métier selon la nature et la quantité de la matière organique utilisée. Toutefois, on veillera, de préférence, à ne pas provoquer de pyrolyse lors de ladite opération préliminaire de séchage. En d'autres  
10 termes, la température de préchauffage de la matière organique est préférentiellement inférieure à la température de pyrolyse de ladite matière soit, de préférence inférieure à 200 °C.

Selon une autre caractéristique, le chauffage de la matière organique en vue de sa pyrolyse se fait par chauffage direct du ou des  
15 éléments tubulaires, de préférence par chauffage électrique par effet Joule.

Le réacteur élévateur vibré électrique permet un traitement thermique en continu de matières végétales avec un contrôle strict des paramètres de traitement. Les possibilités de traitement du réacteur élévateur vibré électrique permettent de produire des fumées, des fumées  
20 liquides, des copeaux de bois thermiquement modifiés, ainsi que du charbon de bois.

La présente invention permet ainsi une pyrolyse parfaitement contrôlée de la matière végétale.

Les fumées liquides ainsi obtenues peuvent être utilisées par pulvérisation d'un mélange air-distillat de fumée directement dans la cellule  
25 de fumage, trempage, douchage ou encore par ajout direct à la denrée alimentaire. La fumée ne contient ni goudrons ni hydrocarbures aromatiques polycycliques nocifs. La fumée ainsi produite correspond à l'intégralité de la fraction aromatique issue de la pyrolyse du bois obtenue  
30 par des procédés traditionnels.

Un réacteur de type REVE (réacteur élévateur vibré électrique) particulièrement bien adapté au procédé selon la présente invention est celui commercialisé par la société REVTECH (Charmes sur Rhône), objet du brevet français 91 10 935 publié sous le numéro FR 2 680 638 A1.

35 Un four de traitement similaire à celui décrit dans ce brevet, dans la demande allemande DE 35 04 950 ou tout autre type de four vibré adapté, indépendamment de la source de chaleur employée pour déclencher

- 7 -

la réaction de pyrolyse proprement dite, conviennent également comme réacteurs à pyrolyse utilisables dans le cadre du procédé de la présente invention et cette dernière n'est donc pas limitée à ces deux exemples de dispositifs particuliers.

5           Un tel type de réacteur de type REVE combine avantageusement la technologie de transport des particules par vibration et la technologie du tube à passage de courant, et permet ainsi l'accès à des techniques évoluées de traitements thermiques de solides divisés. Ce réacteur permet ainsi le traitement thermique en continu de la matière  
10           organique à pyrolyser.

          Le transport de la matière organique à pyrolyser est assuré par vibration selon le principe des spires élévatrices. La matière organique à pyrolyser est introduite de manière classique (alimentation manuelle ou automatique, trémie...) à l'une des extrémités (de préférence par le bas) du  
15           ou des éléments tubulaires et évolue sous l'effet des vibrations imparties auxdits tubes jusqu'à l'autre extrémité (de préférence supérieure) où elle est récupérée de manière également classique (bac de récupération ou analogue). Les vibrations peuvent, par exemple, être générées par une table vibrante mue par un organe moteur capable de communiquer à ladite table  
20           des mouvements vibratoires dans un plan horizontal, par exemple une rotation, et des vibrations dans le sens vertical. A cet effet, les vibrations peuvent être générées de manière connue par des moteurs avec des balourds ou tout autre dispositif équivalent.

          Le ou les éléments tubulaires traversent une enceinte fixe qui  
25           permet d'apporter des calories et d'élever la température dudit ou desdits éléments tubulaires soit directement soit indirectement. A titre d'exemple préféré, le passage d'un courant électrique dans le tube de transport permet de générer de la chaleur par effet Joule dans la masse du tube.

          Le ou les éléments tubulaires peuvent être constitués par un  
30           serpentin en inox parfaitement fermé. L'atmosphère de traitement peut donc être strictement contrôlée. Le traitement de la matière organique peut donc être effectué sous gaz inerte (azote ou tout autre gaz inerte), sous gaz partiellement oxydant (mélange azote/oxygène à différentes concentrations en oxygène) ou encore sous dioxyde de carbone ou sous un recyclage des  
35           fumées produites (recyclage des gaz de pyrolyse lors du traitement thermique).

- 8 -

De manière particulièrement avantageuse, le procédé selon l'invention est donc caractérisé en ce que les fumées produites sont condensées à leur sortie du réacteur dans un dispositif de condensation adapté.

5 De façon avantageuse, au moins une partie des gaz de pyrolyse présents à la sortie du dispositif de condensation est réinjectée dans le réacteur.

Selon une autre caractéristique, le procédé selon l'invention est encore caractérisé en ce que la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à 0,1 %  
10 près, de la teneur en volume en oxygène dans ledit réacteur et selon une autre caractéristique la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à un degré Celsius près, de la température régnant dans ledit réacteur.

En effet, le contrôle de ces deux derniers paramètres permet avantageusement de réduire le risque d'incendie de l'installation,  
15 contrairement à la plupart des générateurs de fumées existants.

Les temps de séjour de la matière organique à pyrolyser peuvent également être fixés de façon précise. En effet, la technologie du tube vibrant permet un écoulement « piston » de la matière à traiter. Ainsi, l'inclinaison des moteurs à balourds ainsi que la fréquence et l'amplitude  
20 des vibrations permettent de contrôler le temps de séjour de ladite matière dans le réacteur. Ce temps de séjour peut varier, selon les conditions, de quelques secondes à environ 30 minutes.

La technologie du transport par tube vibrant permet de traiter des solides divisés à granulométrie large permettant de mettre en œuvre une  
25 large gamme allant des poudres microniques à des morceaux de plusieurs centimètres de matière organique.

De façon avantageuse, la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de plaquettes de bois, en particulier de bois destiné à l'aromatisation ou au vieillissement de vins et/ou de spiritueux.

30 Selon une variante, la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de fibres ou copeaux d'au moins une substance végétale telle que le bois, la cellulose, tout autre polysaccharide ou complexe ligno-cellulosique.

Comme expliqué, la température de pyrolyse (de 200 °C à  
35 800 °C) ainsi que les profils de température sont parfaitement contrôlés au degré près. La possibilité d'une architecture électrique permettant de mettre en œuvre plusieurs zones de chauffe indépendantes permet, le cas échéant,

- 9 -

de contrôler le profil thermique de traitement de la matière végétale. La mise en place d'une zone de refroidissement, par l'utilisation de quelques spires non calorifugées ou par double enveloppe contenant un fluide froid, permet d'obtenir des températures basses et constantes de la matière  
5 pyrolysée à la sortie du réacteur.

La décomposition thermique de la matière organique et notamment du bois est préférentiellement obtenue à de basses températures de pyrolyse à l'aide de réacteurs du type REVE (principalement entre 300 °C et 400 °C). Les fumées et fumées liquides contiennent alors peu  
10 d'hydrocarbures aromatiques polycycliques qui sont généralement formés à de hautes températures de pyrolyse (au-delà de 400 °C).

La présente invention a encore pour objet l'utilisation d'un réacteur élévateur vibré du type comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément  
15 tubulaire ascendant mis en vibration et recevant une matière organique à pyrolyser, pour la production de fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires, pour la production de fumées liquides ainsi que pour la production de charbon de bois.

Les avantages de l'utilisation d'un réacteur du type REVE au traitement thermique de matières végétales sont multiples :

Un traitement thermique homogène de matière organique à granulométrie variable (par exemple sciure de bois de quelques microns à plusieurs centimètres) est possible par avancement « piston » de la matière dans le réacteur et par un contact intime entre la matière végétale et le tube  
25 chaud. L'écoulement « piston » permet de contrôler avec précision la température de la matière et les temps de séjour.

Le chauffage est assuré par conduction entre le tube et la matière végétale. Le procédé ne requiert pas l'utilisation de grosses quantités de gaz à gérer ou à dépolluer. Les risques de zones froides (pièges  
30 à suies) sont minimisés.

L'étanchéité du système, sans pièces mécaniques, permet de minimiser les risques d'odeurs émises et d'exposition du personnel aux gaz de pyrolyse.

Le nettoyage de l'installation est aisé par pyrolyse sous air, par  
35 circulation de liquide de nettoyage dans les spires ou encore par obus racleur.

- 10 -

Le rendement thermique de l'appareil est proche de 80 % par contact intime entre la matière végétale et le tube chaud de transport ainsi qu'une combinaison complexe de conduction, d'induction et de rayonnement vers le produit à chauffer.

5 Le transport par tube vibrant n'engendre pas d'abrasion de la matière organique à pyrolyser et limite les émissions de poudres de charbon. L'encrassement du réacteur par des dépôts de suies est peu important.

10 Dès lors, les réacteurs du type évoqué ci-dessus peuvent être avantageusement employés à la production de fumées. En effet, le procédé mettant en œuvre des d'éléments tubulaires vibrants permet de produire une fumée dont la qualité et la concentration sont parfaitement contrôlées tout en minimisant les risques d'incendie.

15 A ce sujet il est particulièrement important de pouvoir maîtriser, dans un procédé mettant en œuvre un tel type de réacteur, les principaux paramètres de fonctionnement et de traitement que sont la température de la pyrolyse (contrôlée au degré Celsius près) et la constitution chimique de l'atmosphère de traitement (contrôle précis de la concentration en oxygène). Dans ces conditions, les fumées produites par le  
20 procédé selon l'invention peuvent être totalement standardisées et sont avantageusement exemptes ou quasi-exemptes de goudron et d'hydrocarbures aromatiques polycycliques nocifs.

La présente invention a donc également pour objet des fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires obtenues par le procédé  
25 selon l'invention, caractérisées en ce qu'elles présentent, une fois condensées en fumées liquides, une teneur en volume en benzo[a]pyrène d'au plus 10 ppb et une teneur en volume en benzoanthracène d'au plus 20 ppb.

30 En outre, lesdites fumées peuvent être diluées avec de l'air chaud ou tout autre gaz en sortie de réacteur afin de produire des fumées plus ou moins concentrées. Elles peuvent alors directement entrer dans une cellule de fumaison, sans autre étape de conditionnement ou de purification.

La présente invention a encore pour objet des fumées liquides obtenues par condensation de fumées selon l'invention ainsi qu'une denrée  
35 alimentaire fumée par la mise en œuvre de telles fumées.



- 11 -

Les exemples suivants donnés à titre non limitatif permettent de mettre en évidence certains avantages des objets de la présente invention.

Exemple 1 :

5

De la sciure de hêtre humide (35 % en poids d'humidité) est pyrolysée dans un réacteur de type REVE (Société REVTECH). Le réacteur présente deux zones de chauffe. La première zone est chauffée à une température de 190 °C alors que la seconde zone de chauffe est à une  
10 température de 340 °C. Les gaz émis par la première zone de chauffe sont évacués à l'extérieur suite à une dilution avec de l'air sec. La seconde zone de chauffe est balayée par un gaz neutre. La sciure subit un séchage en première zone et entre dans la deuxième zone de chauffe à une humidité inférieure à 1 % en poids.

15

La pyrolyse de la sciure est exclusivement effectuée en seconde zone où la matière végétale est portée à 340 °C puis elle est rapidement refroidie dans les spires de refroidissement à 40 °C.

Les gaz émis sont évacués avec l'azote injecté à contre courant vers un condenseur indirect. Les composés organiques condensables sont  
20 récupérés sous forme de liquide à la sortie du condenseur.

Cette configuration de réacteur décrite en exemple 1 permet un séchage et une pyrolyse simultanés de la sciure de hêtre humide en continu. Les condensats obtenus forment une fumée liquide concentrée. En effet, l'humidité de départ de la sciure est évacuée à l'extérieur du réacteur avant  
25 que la sciure n'entre en zone de pyrolyse.

La fumée liquide obtenue présente les caractéristiques suivantes :

Densité :	1,11 kg/l
pH :	1,8

30

Analyse en chromatographie phase gazeuse (% en poids) :

- acide acétique :	15 %
- carbonyles :	8 %
- esters :	4 mg/ml
35 - furanes :	15 mg/ml
- lactones :	4 mg/ml
- phénols :	32 mg/ml

Exemple 2 :

5 De la sciure de hêtre sèche (7 % en poids d'humidité) est pyrolysée dans un réacteur de type REVE (Société REVTECH). Le réacteur présente une seule zone de chauffe. La zone de chauffe est portée à une température de 320 °C, 330 °C, 340 °C puis 350 °C.

10 Les températures mesurées sur la matière organique sont respectivement de 320 °C, 330 °C, 340 °C et 350 °C. L'exemple 2 montre parfaitement la maîtrise en température lors du processus de pyrolyse de la matière organique à pyrolyser. Aucun phénomène de divergence en température n'est observé malgré l'existence de phénomènes exothermiques à de telles températures de pyrolyse, par exemple dans le cas du bois. Le  
15 réacteur de type REVE permet un traitement thermique parfaitement contrôlé en température et en temps de séjour, en particulier pour la sciure de bois, contrairement aux générateurs de fumées existants.

Exemple 3 :

20

De la sciure de hêtre sèche (7 % en poids d'humidité) est pyrolysée dans un réacteur de type REVE (Société REVTECH). Le réacteur présente une seule zone de chauffe. La zone de chauffe est à une température de 350 °C. Les gaz condensables et incondensables sont  
25 acheminés vers un condenseur. La partie condensable des gaz de pyrolyse est récupérée sous forme liquide à la sortie du condenseur, tandis que les gaz incondensables (essentiellement du dioxyde de carbone) sont utilisés pour réaliser l'inertage de la zone de pyrolyse.

La « recirculation » des gaz incondensables permet un inertage  
30 très rapide et efficace de la zone de pyrolyse et permet de s'affranchir d'un apport externe de gaz neutre. Le rendement de conversion de la matière première en fumée liquide est de 35 %. Outre le rendement élevé de conversion, la fumée obtenue ne contient pas de goudrons. La composition de la fumée liquide obtenue après condensation est la suivante :

35

Densité :	1,11 kg/l
pH :	1,8

## Analyse en chromatographie phase gazeuse (% en poids) :

5	- acide acétique :	17 %
	- carbonyles :	10 %
	- esters :	2 mg/ml
	- furanes :	20 mg/ml
	- lactones :	0,5 mg/ml
10	- phénols :	45 mg/ml

L'utilisation du procédé selon la présente invention permet donc de produire des fumées avec un rendement élevé et sans production de goudrons contrairement aux réacteurs et générateurs de fumées  
15 actuellement présents sur le marché.

La fumée liquide obtenue selon l'invention est riche en composés aromatiques (phénols) et en carbonyles. Ces derniers sont à l'origine de la coloration particulièrement efficace et réaliste des produits fumés avec les fumées selon l'invention dues aux réactions de Maillard  
20 avec les protéines contenues dans lesdites denrées alimentaires traitées.

La condensation indirecte de la fumée permet de récupérer l'ensemble des arômes et donc la totalité de la fraction aromatique contenue dans la fumée. Les essais réalisés sur des produits de charcuterie par douchage à l'aide de cette fumée liquide mettent en évidence un goût fumé  
25 des produits finis, identique voire supérieur à celui observé en fumaison par des procédés traditionnels.

La présente invention a donc également pour objet une denrée alimentaire fumée par la mise en œuvre de fumées et/ou d'une fumée liquide selon l'invention.

30 Le réacteur de type REVE constitue un outil très performant de traitement de matière végétale. Outre l'application liée à la production de fumées destinées à la fumaison de denrées alimentaires ou aux fumées liquides, le réacteur REVE peut également être utilisé avantageusement lors de traitement thermique de matières végétales fragmentées. Par exemple, le  
35 réacteur REVE peut être utilisé pour la production de plaquettes de bois destinées à l'aromatisation ou au vieillissement de vins et spiritueux ; les

- 14 -

composés aromatiques recherchés étant similaires à ceux recueillis dans les fumées liquides.

5 Le procédé selon l'invention est également approprié à la production de charbon de bois ou de charges végétales thermiquement modifiées incorporables dans des composites à base de plastique ou de liants hydrauliques.

10 Bien entendu, l'invention n'est pas limitée au mode de réalisation décrit. Des modifications restent possibles, notamment du point de vue de la constitution des divers éléments ou par substitution d'équivalents techniques, sans sortir pour autant du domaine de protection de l'invention.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de production de fumées destinées à une fumaison de denrées agro-alimentaires, lesdites fumées étant obtenues par pyrolyse d'une matière organique, de préférence végétale, caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement les étapes consistant à :

- 5 - introduire ladite matière organique à pyrolyser dans un réacteur de pyrolyse comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément tubulaire ascendant mis en vibration et recevant ladite matière organique, ladite matière étant introduite au niveau de la partie basse dudit élément tubulaire,
- 10 - chauffer ladite matière organique dans ladite enceinte à une température comprise entre 200 °C et 800 °C, de préférence entre 300 °C et 400 °C, afin d'en provoquer la pyrolyse lors de son déplacement, sous l'effet des vibrations, dans le ou les éléments tubulaires ascendants et,
- 15 - extraire la matière organique consommée et les fumées produites au niveau de la partie haute dudit ou desdits éléments tubulaires.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le ou les éléments tubulaires sont animés d'un mouvement vibratoire ayant une composante horizontale et/ou verticale.

- 20 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la matière organique est séchée par préchauffage avant d'être pyrolysée, de préférence dans au moins une zone de préchauffage spécifique prévue dans le ou les éléments tubulaires et plus préférentiellement par chauffage électrique de ladite ou desdites zones par effet Joule.

- 25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le chauffage de la matière organique en vue de sa pyrolyse se fait par chauffage direct du ou des éléments tubulaires, de préférence par chauffage électrique par effet Joule.

- 30 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les fumées produites sont condensées à leur sortie du réacteur dans un dispositif de condensation adapté.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'au moins une partie des gaz de pyrolyse présents à la sortie du dispositif de condensation est réinjectée dans le réacteur.

- 16 -

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à 0,1 % près, de la teneur en volume en oxygène dans ledit réacteur.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à un degré Celsius près, de la température régnant dans ledit réacteur.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de plaquettes de bois, en particulier de bois destiné à  
10 l'aromatisation ou au vieillissement de vins et/ou de spiritueux.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de fibres ou copeaux d'au moins une substance végétale telle que le bois, la cellulose, tout autre polysaccharide ou complexe ligno-  
15 cellulosique.

11. Utilisation d'un réacteur élévateur vibré du type comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément tubulaire ascendant mis en vibration et recevant une matière organique à pyrolyser, pour la production  
20 de fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires.

12. Utilisation selon la revendication 11, pour la production de fumées liquides.

13. Utilisation selon la revendication 11, pour la production de charbon de bois.

25 14. Fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires obtenues par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisées en ce qu'elles présentent, une fois condensées en fumées liquides, une teneur en volume en benzo[a]pyrène d'au plus 10 ppb et une teneur en volume en benzoanthracène d'au plus 20 ppb.

30 15. Fumées liquides obtenues par condensation de fumées selon la revendication 14.

16. Denrée alimentaire fumée par la mise en œuvre de fumées selon la revendication 14 et/ou d'une fumée liquide selon la revendication 15.

- 16 -

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à 0,1 % près, de la teneur en volume en oxygène dans ledit réacteur.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la pyrolyse se fait sous contrôle précis, à un degré Celsius près, de la température régnant dans ledit réacteur.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de plaquettes de bois, en particulier de bois destiné à  
10 l'aromatisation ou au vieillissement de vins et/ou de spiritueux.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la matière organique pyrolysée est essentiellement constituée de fibres ou copeaux d'au moins une substance végétale telle que le bois, la cellulose, tout autre polysaccharide ou complexe ligno-cellulosique.  
15

11. Utilisation d'un réacteur élévateur vibré pour la mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, du type comprenant essentiellement une enceinte chauffable sensiblement hermétique contenant au moins un élément tubulaire ascendant mis en  
20 vibration et recevant une matière organique à pyrolyser, pour la production de fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires.

12. Utilisation selon la revendication 11, pour la production de fumées liquides.

13. Utilisation selon la revendication 11, pour la production de  
25 charbon de bois.

14. Fumées destinées à une fumaison de denrées alimentaires obtenues par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisées en ce qu'elles présentent, une fois condensées en fumées liquides, une teneur en volume en benzo[a]pyrène d'au plus 10 ppb et une  
30 teneur en volume en benzoanthracène d'au plus 20 ppb.

15. Fumées liquides obtenues par condensation de fumées selon la revendication 14.

16. Denrée alimentaire fumée par la mise en œuvre de fumées selon la revendication 14 et/ou d'une fumée liquide selon la revendication  
35 15.

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11 235\*02

**DÉPARTEMENT DES BREVETS**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08


Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° J.. / J..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

D8 113 W / 260899

<b>V s références pour ce dossier</b> (facultatif)		B20342 - SZ/AW	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0208495	
<b>TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Procédé de production de fumées alimentaires par pyrolyse, utilisation d'un réacteur particulièrement adapté audit procédé, fumées et denrées alimentaires fumées obtenues.			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> SOFRAL SOCIETE FRANCAISE D'ALIMENTATION S.A. (Société Anonyme) 30 rue Joseph Marie Jacquard 67400 ILLKIRCH GRAFFENSTADEN			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inv nteurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		HOLZSCHUH	
Prénoms		Pierre	
Adresse	Rue	Heiligenfeldstrasse 4	
	Code postal et ville	77694	KEHL (DE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		BÜCH	
Prénoms		Georg	
Adresse	Rue	Ahorn-Weg 19/1	
	Code postal et ville	77746	SCHÜTTERWALD (DE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		WEILAND	
Prénoms		Jean-Jacques	
Adresse	Rue	1 rue Gerold Seck	
	Code postal et ville	67330	HATTMATT (FR)
Société d'appartenance (facultatif)			
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		5 juillet 2002   P. NUSS n° 92-1185	





Document Filed By:

Young & Thompson

745 South 23rd Street

Arlington, Virginia 22202

Telephone 703/521-2297

SN 10/612,972 filed July 7, 2003